



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08279408 A**(43) Date of publication of application: **22.10.96**

(51) Int. Cl.

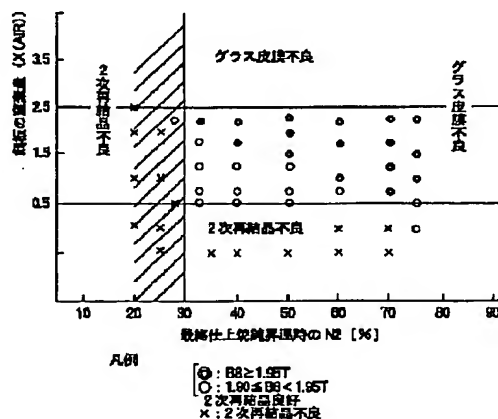
**H01F 1/16****C21D 8/12****C22C 38/00****C22C 38/14****C22C 38/60****C23C 8/26**(21) Application number: **07082984**(22) Date of filing: **07.04.95**(71) Applicant: **NIPPON STEEL CORP NITTETSU  
PLANT DESIGNING CORP**(72) Inventor:  
**KUMANO TOMOJI  
YOSHITOMI YASUNARI  
YAMAZAKI KOJI  
KITAGAWA HISAKAZU  
KUROKI KATSURO  
TANAKA OSAMU**(54) **MANUFACTURE OF UNIDIRECTIONAL  
ELECTROMAGNETIC STEEL SHEET BEING  
EXCELLENT IN MAGNETIC CHARACTERISTICS**

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To manufacture a unidirectional electromagnetic steel sheet being excellent in magnetic characteristics and used as an iron core of a transformer and others, by nitriding a running strip under a specified partial pressure of nitrogen.

**CONSTITUTION:** A slab constituted of 0.025-0.075% C, 2.5-4.0% Si, 0.010-0.050% acid-soluble Al, 0.0040-0.0130% N, at least 0.0050-0.0150% S or Se, 0.05-0.8% Mn and 0.005-0.015% Ti in a weight ration and of Fe and inevitable impurities as remainders is heated at a temperature lower than 1280°C, hot-rolled and annealed. After it is subjected to cold-rolling and decarburizing annealing, nitriding is applied thereto in a mixed gas of hydrogen, nitrogen and ammonia, in a state of a strip being made to run, so that AIR defined by  $AIR = Al \cdot 27 / 14(N \cdot 14 / 48Ti)$  may satisfy  $0.4 \times AIR \leq 2N_2 \leq 2.5 \times AIR$ , and final finishing annealing is applied with  $N_2$  in an ambient gas made to be 25%  $2N_2$  % 290%.



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-279408

(43)公開日 平成8年(1996)10月22日

(51)Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/16			H 0 1 F 1/16	A
C 2 1 D 8/12			C 2 1 D 8/12	B
C 2 2 C 38/00	3 0 3		C 2 2 C 38/00	3 0 3 U
38/14			38/14	
38/60			38/60	

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平7-82984

(22)出願日 平成7年(1995)4月7日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(71)出願人 390022873

日鐵プラント設計株式会社

福岡県北九州市戸畑区大字中原46番地の59

(72)発明者 熊野 知二

北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新日本製

鐵株式会社八幡製鐵所内

(72)発明者 吉富 康成

北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新日本製

鐵株式会社八幡製鐵所内

(74)代理人 弁理士 茶野木 立夫 (外1名)

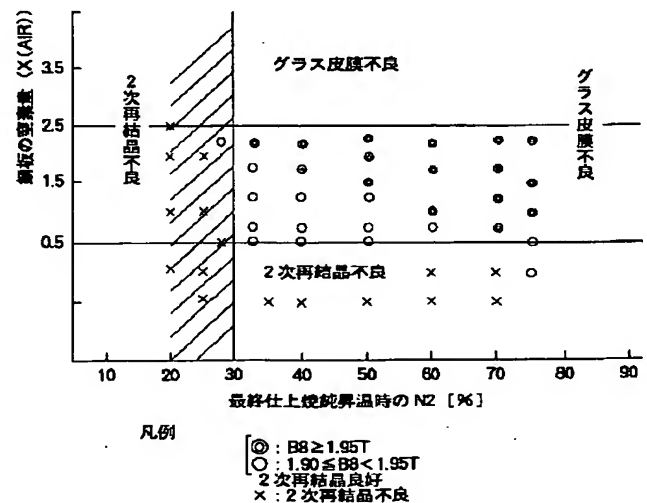
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】トランス等の鉄心として使用される鋼板。

【構成】重量%で、C:0.025~0.075、Si:2.5~4.0、可溶性Al:0.010~0.050、N:0.0040~0.0130、S、Seの1種以上:0.0050~0.0150、Mn:0.05~0.8、Ti:0.005~0.015、残部がFe及び不可避不純物からなるスラブを1280℃未満の温度で加熱し、熱延、熱延板焼鈍、中間焼鈍を挟む一回以上の冷延を行い、脱炭焼鈍後ストリップを走行せしめる状態下で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で $AlR = Al - 27/14 (N - 14/48 Ti)$ で定義されるAlRが、 $0.4 \times AlR \leq N \leq 2.5 \times AlR$ を満たすように窒素処理を行い、雰囲気ガス中のN<sub>2</sub>%を $25\% \leq N_2\% \leq 90\%$ として最終仕上焼鈍を施す、磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】 重量比で

C : 0.025~0.075%、  
 Si : 2.5~4.0%、  
 酸可溶性 Al : 0.010~0.050%、  
 N : 0.0040~0.0130%、  
 S, Se の少なくとも 1 種を 0.0050~0.0150%、  
 Mn : 0.05~0.8%、  
 Ti : 0.005%以上、0.015%以下、  
 残部が Fe 及び不可避不純物からなるスラブを 1280℃未満の温度で加熱し、熱延を行い、熱延板焼鈍を行い、中間焼鈍を挟む一回以上の冷延を行い、脱炭焼鈍後ストリップを走行せしめる状態下で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で  $Al_R = Al - 27/14 (N - 14/48 Ti)$  で定義される  $Al_R$  が、 $0.4 \times Al_R \leq N \leq 2.5 \times Al_R$  を満たすように窒化処理を行い、雰囲気ガス中の  $N_2$  % を  $25\% \leq N_2 \% \leq 90\%$  として最終仕上焼鈍を施すことを特徴とする磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。

## 【請求項 2】 重量比で

C : 0.025~0.075%、  
 Si : 2.5~4.0%、  
 酸可溶性 Al : 0.010~0.050%、  
 N : 0.0040~0.0130%、  
 S, Se の少なくとも 1 種を 0.0050~0.0150%、  
 Mn : 0.05~0.8%、  
 Ti : 0.005%以上、0.015%以下、  
 残部が Fe 及び不可避不純物からなるスラブを 1280℃未満の温度で加熱し、熱延を行い、熱延板焼鈍を行わず、中間焼鈍を挟む一回以上の冷延を行い、脱炭焼鈍後ストリップを走行せしめる状態下で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で  $Al_R = Al - 27/14 (N - 14/48 Ti)$  で定義される  $Al_R$  が、 $0.4 \times Al_R \leq N \leq 2.5 \times Al_R$  を満たすように窒化処理を行い、雰囲気ガス中の  $N_2$  % を  $25\% \leq N_2 \% \leq 90\%$  として最終仕上焼鈍を施すことを特徴とする磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。

【請求項 3】 更に Sn, Sb の少なくとも 1 種を 0.03~0.15%含有させることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、トランス等の鉄心として使用される磁気特性の優れた一方向性電磁鋼板の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 一方向性電磁鋼板は、主にトランスその

他の電気機器の鉄心材料として使用されており、励磁特性、鉄損特性等の磁気特性に優れていることが、機器の小型化、エネルギー損失の減少のために要求される。励磁特性を表す特性値として、磁場の強さ 800 A/m における磁束密度  $B_8$  が JIS で規格化されて通常使用される。又、エネルギー損失を示す特性値としては、周波数 50 Hz で 1.7 テスラ (T) まで磁化したときの鋼板 1 kg 当たりのエネルギー損失 (鉄損)  $W_{17/50}$  も JIS で規格化されている。

【0003】 磁束密度は鉄損の最大支配因子であり、一般的に磁束密度が高い (大きい) ほど鉄損特性が良好になる。又、一般的に磁束密度が高くなると二次再結晶粒が大きくなり、鉄損が悪化する場合がある。この場合は、既に広く知られているように、磁区を制御することにより、二次再結晶の粒径に拘らず鉄損を改善することができる。

【0004】 この一方向性電磁鋼板は、最終仕上焼鈍工程で二次再結晶を起こさせ、鋼板表面に  $\{110\}$ 、圧延方向に  $\langle 001 \rangle$  軸をもったいわゆるゴス組織を有している。良好な磁気特性を得るためには、磁化容易軸である  $\langle 001 \rangle$  を圧延方向に高度に揃えることが必要である。

【0005】 このような高磁束密度一方向性電磁鋼板の製造技術は、古くから開発され、わが国ではいわゆるインヒビターとして MnS, AlN を用いる方法 (特開昭 40-15644 号公報)、MnS, MnSe, Sb 等を用いる方法 (特開昭 51-13469 号公報) 等がある。これらの場合は、熱延板段階でのインヒビターの完全固溶が求められ、実際の熱間圧延時は鋼塊 (スラブ) の加熱温度を 1350℃以上にする必要がある。

【0006】 この高温での加熱には数々の不利、不便な点がある。このため、この熱延時の鋼塊 (スラブ) の加熱温度を下げる試みが行われている。その一つを開示したものととして特開昭 59-56522 号公報がある。この技術の発展として多くの発明がなされ、インヒビター形成のために脱炭焼鈍から最終仕上焼鈍の昇温過程で窒化を行う方法 (特開昭 62-45285 号公報、特開昭 60-179855 号公報)、更にはストリップを走行せしめる状態下での水素、窒素、アンモニアの混合ガスを用いた窒化処理を行う方法 (特開平 2-77525 号公報、特開平 1-82400 号公報、特開平 3-180460 号公報、特開平 1-317592 号公報) が開示された。

【0007】 又、脱炭焼鈍時の一次再結晶完了後から最終仕上焼鈍時の二次再結晶完了前までの途中段階での一次再結晶粒径を制御する方法 (特開平 3-294425 号公報、特開平 2-96275 号公報、特開平 2-59020 号公報、特開平 1-82393 号公報) も開示された。しかし、これらの方法においては Ti は不可避不純物として扱われ、その含有量は 0.003%以下、望

ましくは 0.0020%以下としている。

【0008】Tiを積極的に利用した、低鋼塊加熱温度による方向性電磁鋼板製造技術を開示したものとして特公平6-86632号公報がある。この方法においてはTiを0.0020~0.0150%含有させ、最終仕上焼鈍における二次再結晶開始までの間に窒化させて磁束密度が高い方向性電磁鋼板の製造方法が開示されている。この場合は良好な磁気特性が得られるが、窒化を高温仕上焼鈍（箱焼鈍）で行うため窒化が不均一傾向で、二次再結晶は安定であるが（ $B_8 = 1.94$  T程度）いわゆるガラス被膜の形成が不安定となる場合がある。

#### 【0009】

【発明が解決しようとする課題】一方向性電磁鋼板が具備すべき主たる特性は、良好な磁気特性（低鉄損、高磁束密度）及び良好な被膜特性（被膜張力、密着性、外観）である。この点で、特公平6-86632号公報に開示された技術は更に改善の余地がある。ところで、従来の一方向性電磁鋼板の製造方法においては、Tiが多い場合は、既に広く知られている如く二次再結晶が不安定となる。例えば特開平5-295442号公報の方法で高Ti材も二次再結晶をさせることは可能であるが、この場合にも熱延条件の制御を注意深く行うことが必要であり、かつTi含有量は80ppmが限界である。

【0010】溶鋼のTiの混入原因は、Fe-Si合金鉄からの不純物として混入、又溶鋳炉の安定操業のための砂鉄からの溶銑への混入、スクラップからの混入等が考えられる。即ち高Tiスラブを熱延加熱温度を1280℃以下にして加熱し、脱炭焼鈍後に窒化して製造する本発明は、いずれの場合も従来から製造に大きな困難性を有している。

【0011】そもそも、一方向性電磁鋼板は約3%のSiを含有しており、Fe-Si合金鉄を多量に用いる。このため従来より、不純物の少ない特にTi含有量の少ない高品位のFe-Si合金が用いられている。ところが本発明を適用すると、磁気特性が向上するとともに、更に合金鉄の品位を落すことも可能となり、コストダウンも可能となる。本発明は、特公平6-86632号公報に開示された技術を更に発展させて更に良好な磁気特性、被膜特性を得るとともに、上記のコストダウンを実施可能な技術を提供することを課題とする。尚、一方向性電磁鋼板の $B_8$ は、ゴス方位の集積度に強く依存する。更に、ゴス方位の集積度は一次再結晶時の集合組織に依存することが知られている（吉富等、日本金属学会誌、58（1994）、882）。Ti添加によってはこの一次再結晶集合組織は変化しないので、インヒビターの効果のみ考慮すれば良い。

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】発明者等は鋭意研究を行ったところ、特公平6-86632号公報に開示された

技術と脱炭焼鈍までの工程は同様であるが、走行するストリップで窒化することを特徴とし、その窒化量の制御及び／又はBAF（最終仕上焼鈍：二次再結晶を行わしめる箱型焼鈍）での雰囲気中の窒素分圧を制御することにより、ガラス被膜も良好で磁気特性が更に改善されることを知見した。

【0013】具体的には、熱延加熱温度を1280℃以下とする本発明では、初期のAl、Nの量は脱炭焼鈍時の一次再結晶粒径を制御するために用いられ、二次再結晶のためのインヒビターとしては脱炭焼鈍後に行われるので、溶鋼段階でのTiの含有量は二次再結晶性に影響しないことを見出した。更に、Tiを適量添加するとTiNがAlNに加わってインヒビターとして働き、ストリップ窒化での窒化量の制御及び／又はBAF（最終仕上焼鈍：二次再結晶を行わしめる箱型焼鈍）での雰囲気中の窒素分圧を制御することにより、磁気特性が著しく改善されることを見出した。

#### 【0014】

【作用】以下に本発明を詳細に説明する。本発明者等は、Ti含有量が比較的多い電磁鋼スラブを1280℃以下の低い加熱温度で加熱し、得られた熱延板を用いて必要に応じて熱延板焼鈍を施し一回以上の冷間圧延後の脱炭焼鈍後にストリップを走行させる状態で窒化处理することによりインヒビターを形成する方法で製造可能な、磁気特性及び被膜特性ともに優れた一方向性電磁鋼板を安定的に製造し得るプロセスについて鋭意研究開発を重ねた。

【0015】まず、本発明において出発材とする電磁鋼スラブの成分組成の限定理由は、以下のとおりである。C：Cは、0.025~0.070%とした。従来の発明では、0.025%以下ではいわゆる3%Si-Fe材（方向性電磁鋼板の基本成分）では、変態相がなくなくなる。0.065%を超えると脱炭焼鈍工程での30ppm以下とするためには、時間が掛かりすぎて生産性が阻害される。Si：Siはその含有量が2.5%未満になると、良好な鉄損が得られない。又、4.5%を超えると、脆性のために冷間圧延等室温での鋼板処理が困難になる。

【0016】S及びSe：S及びSeは、0.015%以下、望ましくは0.010%以下である。1280℃以下のスラブ加熱温度で熱延板を製造し、その後熱延板焼鈍、冷間圧延の後での、ストリップ窒化等による脱炭焼鈍工程以降のインヒビターの作り込みで製造する一方向性電磁鋼板では、多量のS、Seは一次再結晶粒の粒成長を妨げ有害であるためである。0.005%未満では、熱延での操業上の不可避的変動要素（スキッド上及び間の温度履歴差、圧延速度の加速による熱延温度の変動等）により、一次再結晶粒の粒成長に場所的変動が生じ易くなり工業的に安定的に製品が製造できない。

【0017】Ti及びN：TiはNと強固な化合物を形

成する。本発明では、インヒビターとしてはAlNばかりでなくTiNも利用するため、N量はTiの添加量と密接に関係している。Ti<0.005%であるとインヒビターとしてのTiNの効果があまりなく、磁束密度はB<sub>8</sub>で1.90~1.93T程度であるのでTi≧0.005%とした。上限の0.015%は、これを超えてTiを添加するとTiNのサイズが大きく又個数が多く(いわゆるZENER因子が強く)なり、二次再結晶不良が生じることがある。更に、TiNは熱力学的に安定であるため、最終製品まで存在し履歴損増加により鉄損が劣化する。

【0018】NはSi, Al及びTiと結合し、一次再結晶粒成長の粒成長制御及び二次再結晶のためのインヒビターとして働くので重要である。その範囲は0.0040~0.0130%とする。上記範囲のTiと結合してこのような効果を奏せしめるには、Ti:0.004~0.015%であることが必要である。

【0019】Al:Alは、窒素とともに脱炭焼鈍時の一次再結晶粒成長を制御するために添加される。1280℃以下のスラブ加熱でもAlNは適切な溶解度を持つ。有効なAlN形成のために0.010~0.050%となる。

Mn:Mnは、少ないと二次再結晶は不安定になり、多いとB<sub>8</sub>は高くなるが、一定量以上入れると、コストが高くなる。従って0.05~0.8%とする。

【0020】Sn及びSb:二次再結晶粒のサイズを小さくするために添加されるのが望ましい。少ないと効果が少なく、多すぎるとガラス被膜の劣化または脱炭不良傾向であり望ましくない。このため添加する場合には、0.03~0.15%とする。その他、ガラス被膜形成を容易化及び集合組織の改善のためにCr, P等を添加することも本発明の主旨を損なうものではない。

【0021】脱炭焼鈍後の一次再結晶粒成長の粒成長制御するためには、AlN, MnS, MnSe, TiN等が有効であるが、本発明では、S, Seの含有量が従来の方向性電磁鋼板より少ないためMnS, MnSeによる効果は小さいが、TiN, AlNの効果は大きい。このように、Al, N, Tiの量は一次再結晶粒成長の粒成長制御及び二次再結晶のためのインヒビターとして働くので、相互関係が重要となる。

【0022】Ti含有量が0.003%未満の場合は、TiNの効果は少ない。しかし本発明の範囲0.005%以上では、上述したように優先的にTiNが形成されるので、AlNに消費されるNが減り補償する必要がある。この補償する方法としては、①溶製段階でTiN当量分余分に含有させる、②ストリップ窒化量を増やす、③BAFでの窒素分圧を上げ脱窒を防ぐ等がある。

【0023】次に、溶製、鑄造及び熱延等の処理条件について述べる。本発明に関する溶製及び鑄造は、公知の通常の方法で行われる。即ち、溶製は転炉又は電気炉等

を用い、溶銑を主原料としても良いしスクラップを用いても良い。成分調整は真空脱ガス装置で行うのが通常であるが、成分さえ範囲内であればその必要はない。鑄造は連続鑄造機で行われるが、インゴット法でも良い。

【0024】その後の分塊圧延は、熱延の仕上厚みと熱延機的能力(圧下代)のバランスで採用される。熱延は通常の連続熱延機で行うが、いわゆる可逆のステッセルミルでも良い。熱延時のスラブ加熱温度は最大1280℃である。これは、本発明の如く脱炭焼鈍後に同一ライン又は別のラインにてストリップを走行せしめるので、溶体化のためにこの温度を超えての加熱は必要はない。又エネルギーコストの低減及び熱延板の耳割れ等の欠陥低減の観点も低い方が良い。

【0025】熱延後の工程については特に限定されるものではないが、最終冷間圧延率は80~95%が望ましい。必要に応じて中間焼鈍を挟む一回以上の冷延を行う。熱延板焼鈍は、熱延の不均一性の緩和、AlNの析出形態の制御のために必要に応じて行うのであり、処理条件は特に限定されるものではないが、最高温度は1160℃として、冷却速度はAlNの量、Si/Cのバランスにより適正化されるのが望ましい。

【0026】脱炭焼鈍は通常の方法で行われ、炭素レベルを製品の磁気時効防止のために0.0030%以下まで脱炭される。又、良好なガラス被膜を形成するために酸化層を形成せしめる。窒化は脱炭焼鈍設備と同一ライン又は別のラインにてストリップを走行せしめる状態で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で窒化処理が行われる。この窒化処理において、 $Al_r = Al - 27/14(N - 14/48Ti)$ で定義される $Al_r$ が、 $0.4 \times Al_r \leq N \leq 2.5 \times Al_r$ を満たす量で行う。下限の0.4倍は、本発明のようなTi含有の方向性電磁鋼板特有の二次再結晶の安定性のために規定され、上限の2.5倍は、本発明特有の成分系でのガラス被膜の安定的形成のために規定される(図1)。

【0027】その後、MgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布する。続く仕上焼鈍の昇温度時に二次再結晶が起こるので、窒素分圧は非常に重要である。2.5%より少ないと鋼板内のAlNの分解がたやすく起こり、インヒビターがTiNのみとなり二次再結晶不良となる。上限の90%は良好なガラス被膜形成のために必要である。

【0028】要するに、本発明の最大のポイントは、鋼塊の加熱温度を低くする方向性電磁鋼板製造方法において、所定のTi, Nの添加によるAlNとTiNの複合インヒビター効果、ストリップ窒化による均一なAlNの形成、Ti含有成分系ならではの窒化条件の特定、及び仕上焼鈍中のN<sub>2</sub>分圧の特定によるAlNの分解防止及びガラス被膜改善効果、の4者の有機的な結合によって、良好な磁気特性(B<sub>8</sub>=1.95T)と被膜特性を得るとともに、コストダウンを実現することにある。

【0029】

## 【実施例】

## (実施例1)

C:0.052%, Si:3.23%, Mn:1.02%, S:0.010%, 酸可溶性Al:0.028%, N:0.0085%とし、Tiの量を次のように変化させTi:0.001, 0.002, 0.003, 0.005, 0.008, 0.010, 0.013, 0.015, 0.016%, 残部Fe及び不可避免の不純物からなる溶製された溶鋼を通常の方法で連続鑄造してスラブを得、1150℃で加熱した後1080℃で熱延を開始して2.6mmとして550℃で巻き取った。その後、1120℃で2分間の熱延板焼鈍を行い、酸洗後、185~210℃で温間圧延し0.285mmに冷間圧延した。その後、830℃でN<sub>2</sub>:25%、H<sub>2</sub>:75%の雰囲気ガス中、露点65℃で150秒焼鈍し脱炭、一次再結晶及び酸化被膜形成を行った。

【0030】ストリップ状態で窒化させ、窒化量を0.5×Al<sub>R</sub> ≤ N ≤ 2.0×Al<sub>R</sub>を満たせしめ、続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布した。続く仕上焼鈍で15℃/時間の昇温度時の雰囲気中をN<sub>2</sub>を35% ≤ N<sub>2</sub> ≤ 85とした。その後H<sub>2</sub>:100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この場合のTiに対する磁気特性の関係を|磁束密度(B<sub>s</sub>(T)と鉄損(W<sub>17/50</sub>(W/kg))のグラフ|図2, 3に示す。このようにTiを添加すると磁束密度及び鉄損が改善されている。

\* 【表1】

仕上焼鈍 N <sub>2</sub> %		T i 含有量										区分
		① 0.001		② 0.006		③ 0.009		④ 0.011		⑤ 0.017		
		B <sub>8</sub>	W <sub>17/50</sub>	B <sub>8</sub>	W <sub>17/50</sub>	B <sub>8</sub>	W <sub>17/50</sub>	B <sub>8</sub>	W <sub>17/50</sub>	B <sub>8</sub>	W <sub>17/50</sub>	
①N <sub>2</sub> : 20% H <sub>2</sub> : 80%		- *	- *	- *	- *	- *	- *	- *	- *	- *	- *	従来法
②N <sub>2</sub> : 35% H <sub>2</sub> : 65%		1.92	1.02	1.95	0.97	1.96	0.96	1.95	0.97	1.95	1.05	本発明
③N <sub>2</sub> : 50% H <sub>2</sub> : 50%		1.91	1.03	1.94	0.95	1.95	0.96	1.95	0.95	1.95	1.04	本発明
④N <sub>2</sub> : 75% H <sub>2</sub> : 25%		1.92	1.00	1.95	0.95	1.96	0.94	1.96	0.96	1.96	1.06	本発明
⑤N <sub>2</sub> : 5% H <sub>2</sub> : 95%		1.90	1.01	1.94	0.96	1.96	0.95	1.96	0.95	1.96	1.03	ガラス被膜悪
単 位		T	W/kg	T	W/kg	T	W/kg	T	W/kg	T	W/kg	
区 分		従来法		本発明		本発明		本発明		本発明		

\*: 二次再結晶不良

\* 【0031】 (実施例2) C:0.052%, Si:3.30%, Mn:1.02%, S:0.010%, 酸可溶性Al:0.028%, N:0.008%, Sb:0.07%とし、Tiの量を次のように変化させTi:①0.001, ②0.006, ③0.009, ④0.011, ⑤0.017%, 残部Fe及び不可避免の不純物からなる溶製された溶鋼を通常の方法で連続鑄造してスラブを得、1150℃で加熱した後1080℃で熱延を開始して2.7mmとして550℃で巻き取った。その後、1120℃で2分間の熱延板焼鈍を行い、酸洗後、185~210℃で温間圧延し0.285mmに冷間圧延した。

【0032】その後、830℃でN<sub>2</sub>:25%、H<sub>2</sub>:75%の雰囲気ガス中、露点65℃で150秒焼鈍し脱炭、一次再結晶及び酸化被膜形成を行った。ストリップ状態で窒化させ総含有量0.019~0.023%となるように窒化させた。続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布し、①N<sub>2</sub>:20%, H<sub>2</sub>:80%、②N<sub>2</sub>:35%, H<sub>2</sub>:65%、③N<sub>2</sub>:50%, H<sub>2</sub>:50%、④N<sub>2</sub>:75%, H<sub>2</sub>:25%、⑤N<sub>2</sub>:5%, H<sub>2</sub>:95%、の雰囲気中で15℃/時間の速度で1200℃まで昇温し、その後H<sub>2</sub>:100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この結果を表1に示す。

## 【0033】

【0034】 (実施例3) C:0.052%, Si:3.23%, Mn:1.0%, S:0.012%, 酸可溶性Al:0.030%, N:0.0073%, P:0.023%とし、Tiの量を次のように変化させ、Ti:0.001, 0.003, 0.005, 0.008, 0.010, 0.013, 0.015, 0.016

%, 残部Fe及び不可避免の不純物からなる溶製された溶鋼を通常の方法で連続鑄造してスラブを得、1150℃で加熱した後1080℃で熱延を開始して2.8mmとして570℃で巻き取った。その後熱延板焼鈍することなく、酸洗後、タンデム冷間圧延機で1.70mmとして脱脂後、980℃で125秒の中間焼鈍を行った。

【0035】その後、冷間圧延機で製品厚みの0.17mmに冷間圧延した。その後、835℃でN<sub>2</sub> : 25%、H<sub>2</sub> : 75%の雰囲気ガス中、露点65℃で90秒焼鈍し脱炭、一次再結晶及び酸化被膜形成を行った。ストリップ状態で窒化させ、窒化量を $0.5 \times Al_R \leq N \leq 2.0 \times Al_R$ を満たせしめ、続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布した。続く仕上焼鈍で15℃/時間の昇温度時の雰囲気ガスをN<sub>2</sub>を $35\% \leq N_2 \leq 85\%$ とした。その後H<sub>2</sub> : 100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この場合のTiに対する磁気特性の関係を[磁束密度(B<sub>8</sub>(T)と鉄損(W<sub>17/50</sub>(W/kg))のグラフ]図4、5に示す。このようにTiを添加すると熱延板厚みを無理に薄くすることなく、従来の2回圧延法冷延に比べて圧下率が高くでき、従来製造が難しかった0.20mm以下の製品の製造も可能となった。これは、TiNのインヒビター効果と推定される。

【0036】(実施例4) C : 0.045%、Si : 3.20%、Mn : 0.9%、S : 0.011%、酸可溶性Al : 0.032%、N : 0.0068%、P : 0.030%とし、Tiの量を次のように変化させ、Ti : 0.0015, 0.003, 0.005, 0.007, 0.011, 0.013, 0.015, 0.016%、残部Fe及び不可避免的不純物からなる溶製された溶鋼を通常の方法で連続鑄造してスラブを得、1100℃で加熱した後1080℃で熱延を開始して2.8mmとして590℃で巻き取った。その後、熱延板焼鈍することなく、酸洗して185~210℃で温間圧延し0.285mmに冷間圧延した。

【0037】その後、840℃でN<sub>2</sub> : 25%、H<sub>2</sub> : 75%の雰囲気ガス中、露点65℃で150秒焼鈍し脱

炭、一次再結晶及び酸化被膜形成を行った。ストリップ状態で窒化させ、窒化量を $0.5 \times Al_R \leq N \leq 2.0 \times Al_R$ を満たせしめ、続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布した。続く仕上焼鈍で15℃/時間の昇温度時の雰囲気ガスをN<sub>2</sub>を $35\% \leq N_2 \leq 85\%$ とした。その後H<sub>2</sub> : 100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この場合のTiに対する磁気特性の関係を[磁束密度(B<sub>8</sub>(T)と鉄損(W<sub>17/50</sub>(W/kg))のグラフ]図6、7に示す。このようにTiを添加すると磁束密度及び鉄損が改善されている。

#### 【0038】

【発明の効果】本発明により、磁気特性、被膜特性が極めて良好な方向性電磁鋼板を、鋼塊温度を低くする製造方法によって安価に製造できる。その工業的意義は極めて大きい。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁気特性と被膜特性を両立させる条件を表す図表である。

【図2】実施例1のTi含有量とB<sub>8</sub>の関係を示す図表である。

【図3】実施例1のTi含有量とW<sub>17/50</sub>の関係を示す図表である。

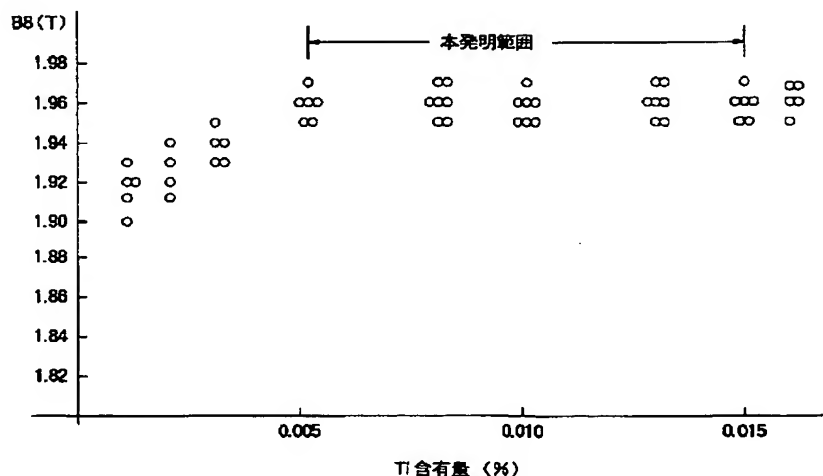
【図4】実施例3のTi含有量とB<sub>8</sub>の関係を示す図表である。

【図5】実施例3のTi含有量とW<sub>17/50</sub>の関係を示す図表である。

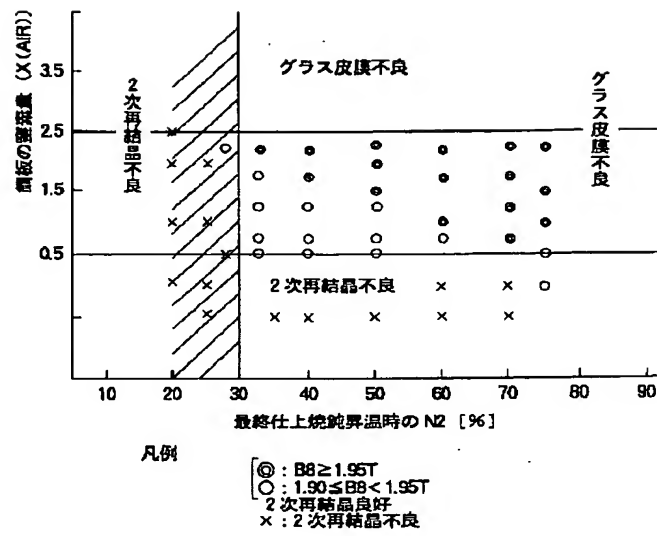
【図6】実施例4のTi含有量とB<sub>8</sub>の関係を示す図表である。

【図7】実施例4のTi含有量とW<sub>17/50</sub>の関係を示す図表である。

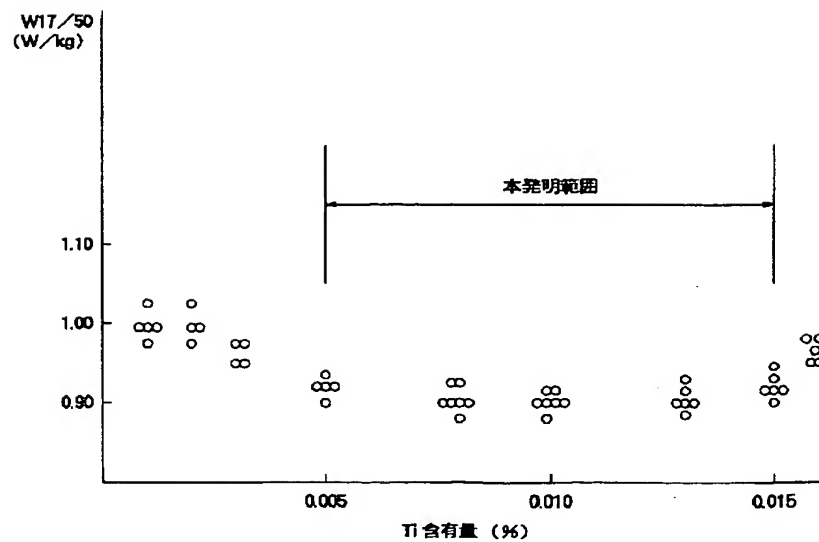
【図2】



【図1】

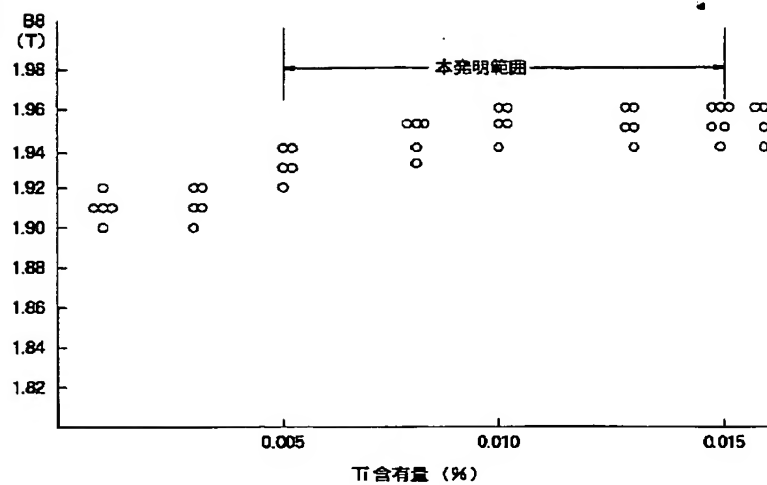


【図3】

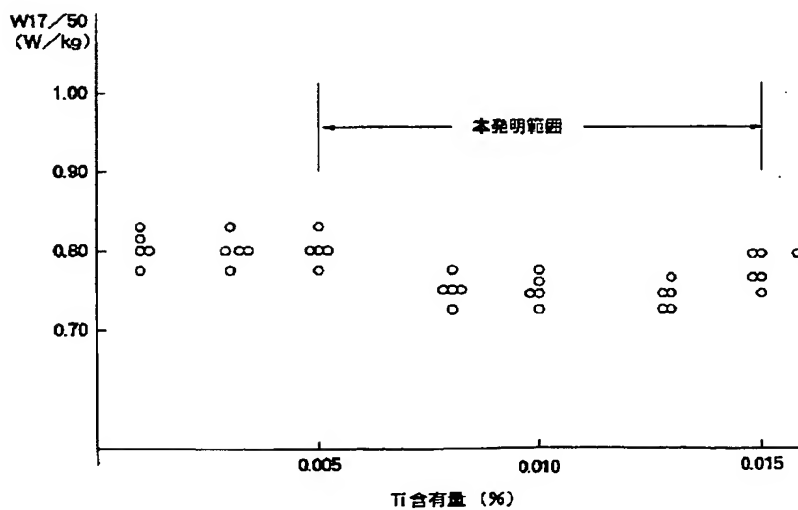




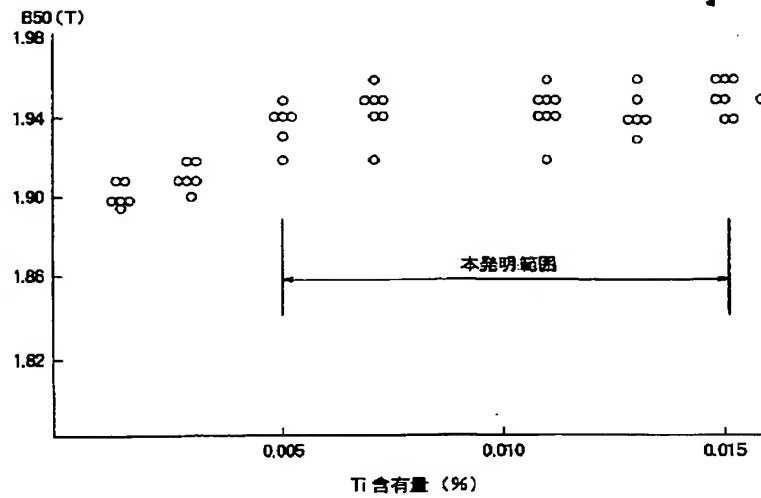
【図4】



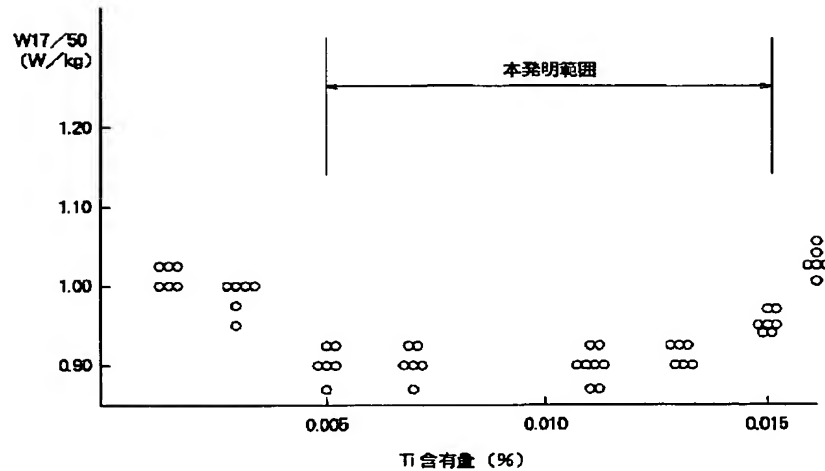
【図5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup> C 2 3 C 8/26	識別記号	庁内整理番号	F I C 2 3 C 8/26	技術表示箇所
(72) 発明者 山崎 幸司 北九州市戸畑区飛幡町 1 番 1 号 新日本製 鉄株式会社八幡製鉄所内			(72) 発明者 黒木 克郎 北九州市戸畑区大字中原46-59 日鐵プラ ント設計株式会社内	
(72) 発明者 北河 久和 北九州市戸畑区飛幡町 1 番 1 号 新日本製 鉄株式会社八幡製鉄所内			(72) 発明者 田中 収 北九州市戸畑区大字中原46-59 日鐵プラ ント設計株式会社内	

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第7部門第2区分

【発行日】平成10年(1998)9月11日

【公開番号】特開平8-279408

【公開日】平成8年(1996)10月22日

【年通号数】公開特許公報8-2795

【出願番号】特願平7-82984

【国際特許分類第6版】

H01F 1/16

C21D 8/12

C22C 38/00 303

38/14

38/60

C23C 8/26

【F I】

H01F 1/16 A

C21D 8/12 B

C22C 38/00 303 U

38/14

38/60

C23C 8/26

【手続補正書】

【提出日】平成9年1月7日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項1

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項1】 重量比で

C : 0.025~0.075%、

Si : 2.5~4.0%、

酸可溶性Al : 0.010~0.050%、

N : 0.0040~0.0130%、

S, Seの少なくとも1種を0.0050~0.0150%、

Mn : 0.05~0.8%、

Ti : 0.005%以上、0.015%以下、

残部がFe及び不可避不純物からなるスラブを1280℃未満の温度で加熱し、熱延を行い、熱延板焼鈍を行い、中間焼鈍を挟む一回以上の冷延を行い、脱炭焼鈍後ストリップを走行せしめる状態下で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で $Al_R = Al - 27/14(N - 14/48Ti)$ で定義される $Al_R$ が、 $0.4 \times Al_R \leq N1 \leq 2.5 \times Al_R$  (ただしN1 : 窒化処理後の鋼中窒素の重量%)を満たすように窒化処理を行い、昇温度時の雰囲気ガス中の $N_2$  %を $25\% \leq N_2 \% \leq 90\%$ として最終仕上焼鈍を施すことを特徴とする磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項2

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項2】 重量比で

C : 0.025~0.075%、

Si : 2.5~4.0%、

酸可溶性Al : 0.010~0.050%、

N : 0.0040~0.0130%、

S, Seの少なくとも1種を0.0050~0.0150%、

Mn : 0.05~0.8%、

Ti : 0.005%以上、0.015%以下、

残部がFe及び不可避不純物からなるスラブを1280℃未満の温度で加熱し、熱延を行い、熱延板焼鈍を行わず、中間焼鈍を挟む一回以上の冷延を行い、脱炭焼鈍後ストリップを走行せしめる状態下で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で $Al_R = Al - 27/14(N - 14/48Ti)$ で定義される $Al_R$ が、 $0.4 \times Al_R \leq N1 \leq 2.5 \times Al_R$  (ただしN1 : 窒化処理後の鋼中窒素の重量%)を満たすように窒化処理を行い、昇温度時の雰囲気ガス中の $N_2$  %を $25\% \leq N_2 \% \leq 90\%$ として最終仕上焼鈍を施すことを特徴とする磁気特性が優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正内容】

【0018】NはSi、Al及びTiと結合し、一次再結晶粒成長の粒成長制御及び二次再結晶のためのインヒビターとして働くので重要である。その範囲は0.0040~0.0130%とする。上記範囲のTiと結合してこのような効果を奏せしめるには、Ti：0.005~0.015%であることが必要である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正内容】

【0026】脱炭焼鈍は通常の方法で行われ、炭素レベルを製品の磁気時効防止のために0.0030%以下まで脱炭される。又、良好なガラス被膜を形成するために酸化層を形成せしめる。窒化は脱炭焼鈍設備と同一ライン又は別のラインにてストリップを走行せしめる状態で水素、窒素、アンモニアの混合ガス中で窒化処理が行われる。この窒化処理において、 $Al_R = Al - 27/14(N - 14/48Ti)$ で定義される $Al_R$ が、 $0.4 \times Al_R \leq N1 \leq 2.5 \times Al_R$  (ただしN1：窒化処理後の鋼中窒素の重量%)を満たす量で行う。下限の0.4倍は、本発明のようなTi含有の方向性電磁鋼板特有の二次再結晶の安定性のために規定され、上限の2.5倍は、本発明特有の成分系でのガラス被膜の安定的形成のために規定される(図1)。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正内容】

【0030】ストリップ状態で窒化させ、窒化量を $0.5 \times Al_R \leq N1 \leq 2.0 \times Al_R$  (ただしN1：窒化処理後の鋼中窒素の重量%)を満たせしめ、続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布した。続く仕上焼鈍で15℃/時間の昇温度時の雰囲気をN<sub>2</sub>を35%≤N<sub>2</sub>≤85%とした。その後H<sub>2</sub>：100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この場合のTiに対する磁気特性の関係を{磁束密度(B<sub>s</sub>(T)と鉄損(W<sub>17/50</sub>(W/kg))のグラフ}図2、3に示す。このようにTiを添加すると磁束密度及び鉄損が改善されている。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正内容】

【0035】その後、冷間圧延機で製品厚みの0.17mmに冷間圧延した。その後、835℃でN<sub>2</sub>：25%、H<sub>2</sub>：75%の雰囲気ガス中、露点65℃で90秒焼鈍し脱炭、一次再結晶及び酸化被膜形成を行った。ストリップ状態で窒化させ、窒化量を $0.5 \times Al_R \leq N1 \leq 2.0 \times Al_R$  (ただしN1：窒化処理後の鋼中窒素の重量%)を満たせしめ、続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布した。続く仕上焼鈍で15℃/時間の昇温度時の雰囲気をN<sub>2</sub>を35%≤N<sub>2</sub>≤85%とした。その後H<sub>2</sub>：100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この場合のTiに対する磁気特性の関係を{磁束密度(B<sub>s</sub>(T)と鉄損(W<sub>17/50</sub>(W/kg))のグラフ}図4、5に示す。このようにTiを添加すると熱延板厚みを無理に薄くすることなく、従来の2回圧延法冷延に比べて圧下率が高くでき、従来製造が難しかった0.20mm以下の製品の製造も可能となった。これは、TiNのインヒビター効果と推定される。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正内容】

【0037】その後、840℃でN<sub>2</sub>：25%、H<sub>2</sub>：75%の雰囲気ガス中、露点65℃で150秒焼鈍し脱炭、一次再結晶及び酸化被膜形成を行った。ストリップ状態で窒化させ、窒化量を $0.5 \times Al_R \leq N1 \leq 2.0 \times Al_R$  (ただしN1：窒化処理後の鋼中窒素の重量%)を満たせしめ、続いてMgOを主成分とする焼鈍分離材を塗布した。続く仕上焼鈍で15℃/時間の昇温度時の雰囲気をN<sub>2</sub>を35%≤N<sub>2</sub>≤85%とした。その後H<sub>2</sub>：100%のdry雰囲気中で1200℃で30時間で純化焼鈍を行った。最後に歪取り焼鈍を行い磁気特性を測定した。この場合のTiに対する磁気特性の関係を{磁束密度(B<sub>s</sub>(T)と鉄損(W<sub>17/50</sub>(W/kg))のグラフ}図6、7に示す。このようにTiを添加すると磁束密度及び鉄損が改善されている。

【手続補正8】

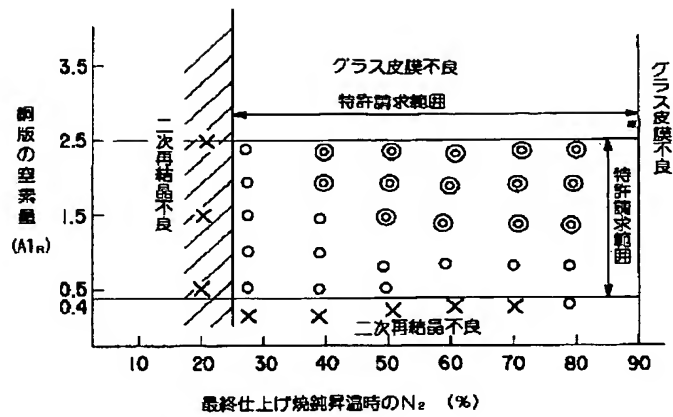
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図1

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】



凡例：◎：B ≥ 1.95T  
 ○：1.90 ≤ B < 1.95T  
 x：二次再結晶不良